

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-037107

(43)Date of publication of application : 06.02.1996

(51)Int.Cl.

H01F 3/08
H01F 1/047

(21)Application number : 06-192207

(22)Date of filing : 22.07.1994

(71)Applicant : TDK CORP

(72)Inventor : MORO EIJI
KAWAKUBO NAOKI
SONE HIDEAKI
SUZUKI HIDETOSHI

(54) DUST CORE

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an inexpensive dust core having little core loss, and to provide a dust core having little core loss and high mechanical strength.

CONSTITUTION: A dust core is produced by pressuring ferromagnetic metal powder and an insulator into dust and then burning. The ferromagnetic metal powder is composed of substantially spherical ferromagnetic metal particles including Fe, Al and Si. The permeability at 100kHz can be not lower than 50. The core loss with a magnetic field of 100mT applied at 100 kHz can be not more than 450kW/m³. The core loss with a magnetic field of 200mT applied at 25kHz can be not more than 300kW/m³.

特開平8-37107

(43) 公開日 平成8年(1996)2月6日

(51) Int. Cl. ⁶

識別記号

F I

H01F 3/08
1/047

H01F 1/06

J

審査請求 未請求 請求項の数 6 F D (全10頁)

(21) 出願番号 特願平6-192207

(22) 出願日 平成6年(1994)7月22日

(71) 出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社
東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 茂呂 英治

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(72) 発明者 川久保 直喜

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(72) 発明者 曾根 英明

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(74) 代理人 弁理士 石井 陽一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 圧粉コア

(57) 【要約】

【目的】 コア損失の小さい圧粉コアを安価に提供する。また、コア損失が小さくしかも機械的強度が高い圧粉コアを提供する。

【構成】 強磁性金属粉末と絶縁剤とを圧粉した後、焼鈍したコアであり、前記強磁性金属粉末が、Fe、AlおよびSiを含むほぼ球状の強磁性金属粒子から構成されていることを特徴とする。100kHzにおける透磁率を50以上にすることができ、100kHzで100mTの磁界を印加したときのコア損失を450kW/m³以下にすることができ、25kHzで200mTの磁界を印加したときのコア損失を300kW/m³以下にすることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 強磁性金属粉末と絶縁剤とを圧粉した後、焼鈍したコアであって、前記強磁性金属粉末が、Fe、Al および Si を含むほぼ球状の強磁性金属粒子から構成されていることを特徴とする圧粉コア。

【請求項 2】 強磁性金属粒子を小径のものから積算し、強磁性金属粉末全体の 50 重量%となったときの粒径 D_{50} が $1.5 \sim 6.5 \mu\text{m}$ である請求項 1 の圧粉コア。

【請求項 3】 強磁性金属粒子を小径のものから積算し、強磁性金属粉末全体の 10 重量%となったときの粒径 D_{10} が $6 \sim 20 \mu\text{m}$ であり、強磁性金属粉末全体の 90 重量%となったときの粒径 D_{90} が $2.5 \sim 100 \mu\text{m}$ である請求項 2 の圧粉コア。

【請求項 4】 圧粉コアに含まれる強磁性金属粒子の格子歪が 10%以下である請求項 1～3 のいずれかの圧粉コア。

【請求項 5】 圧粉コアに含まれる強磁性金属粒子の保磁力が 0.35 Oe 以下である請求項 1～4 のいずれかの圧粉コア。

【請求項 6】 100 kHz における透磁率が 50 以上であり、 100 kHz で 100 mT の磁界を印加したときのコア損失が 450 kW/m^3 以下であり、 25 kHz で 200 mT の磁界を印加したときのコア損失が 300 kW/m^3 以下である請求項 1～5 のいずれかの圧粉コア。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、各種電気・電子機器に用いられる圧粉コアに関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、電気・電子機器の小型化がすすみ、小型で高効率の圧粉コアが要求されている。鉄系強磁性金属粉末を圧縮成形した圧粉コアは、飽和磁化が大きいため小型化に有利である。センダスト (Fe-Al-Si 合金) 圧粉磁心はモリブデンパーマロイ (Fe-Ni-Mo 合金) 圧粉磁心よりも原料が安価であるが、透磁率および電力損失については優れているとは言えなかった。チョークコイルやインダクターに使用するコアでは、コア損失が大きいとコアの温度上昇が大きくなって、小型化が難しくなる。例えば、力率改善回路のインダクターに適用する場合、電源部に内蔵するためには、例えば 100 kHz 、 100 mT におけるコア損失を好ましくは 450 kW/m^3 以下、より好ましくは 300 kW/m^3 以下とすることが要求される。

【0003】 センダスト圧粉磁心の損失低減に関しては、例えば以下に挙げる提案がなされている。

【0004】 特公昭 62-21041 号公報では、鉄-珪素-アルミ系磁性合金インゴットを $700 \sim 1100^\circ\text{C}$ で焼鈍後、粉碎してプレス成形し、さらに水素雰囲気中で $600 \sim 800^\circ\text{C}$ で焼成することにより、モリブデンパーマロイよりも高い透磁率と低い電力損失の鉄-珪

素-アルミ系磁性合金圧粉磁心が得られるとしている。同公報の実施例では、32 メッシュ以下に整粒してプレス成形した後、 700°C で焼成することにより、透磁率が 10 kHz で 146 、電力損失が 25 kHz 、 1000 G で 158 kW/m^3 、 2000 G で 548 kW/m^3 である圧粉磁心を得ている。

【0005】 しかし、力率改善回路などに用いられるインダクターでは、コア損失のさらなる低減が望まれる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、コア損失の小さい圧粉コアを安価に提供することであり、他の目的は、コア損失が小さくしかも機械的強度が高い圧粉コアを提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 このような目的は、下記 (1)～(6) のいずれかの構成により達成される。

(1) 強磁性金属粉末と絶縁剤とを圧粉した後、焼鈍したコアであって、前記強磁性金属粉末が、Fe、Al および Si を含むほぼ球状の強磁性金属粒子から構成されていることを特徴とする圧粉コア。

(2) 強磁性金属粒子を小径のものから積算し、強磁性金属粉末全体の 50 重量%となったときの粒径 D_{50} が $1.5 \sim 6.5 \mu\text{m}$ である上記 (1) の圧粉コア。

(3) 強磁性金属粒子を小径のものから積算し、強磁性金属粉末全体の 10 重量%となったときの粒径 D_{10} が $6 \sim 20 \mu\text{m}$ であり、強磁性金属粉末全体の 90 重量%となったときの粒径 D_{90} が $2.5 \sim 100 \mu\text{m}$ である上記 (2) の圧粉コア。

(4) 圧粉コアに含まれる強磁性金属粒子の格子歪が 10%以下である上記 (1)～(3) のいずれかの圧粉コア。

(5) 圧粉コアに含まれる強磁性金属粒子の保磁力が 0.35 Oe 以下である上記 (1)～(4) のいずれかの圧粉コア。

(6) 100 kHz における透磁率が 50 以上であり、 100 kHz で 100 mT の磁界を印加したときのコア損失が 450 kW/m^3 以下であり、 25 kHz で 200 mT の磁界を印加したときのコア損失が 300 kW/m^3 以下である上記 (1)～(5) のいずれかの圧粉コア。

【0008】

【作用および効果】 圧粉コア用の Fe-Al-Si 合金粉末には、従来、粉碎粉末が使用されている。粉碎粉末に焼鈍処理を施した後には圧粉し、さらに焼鈍処理を施せば、粉碎および圧粉の際に生じたストレスが解放されて保磁力が低くなるので、ヒステリシス損失を低減できる。しかしこの方法では、焼鈍を 2 回行なう必要があるため低コスト化が難しく、しかも 2 回の焼鈍を行なってもストレスの解放が不十分であるため、保磁力が十分に低くならず、ヒステリシス損失を低くすることが難しい。これに対し本発明では、ガスアトマイズ法等により

製造したほぼ球状の $\text{Fe}-\text{Al}-\text{Si}$ 合金粉末を圧粉し、これに焼鈍処理を施す。ガスアトマイズ法等により製造したほぼ球状の $\text{Fe}-\text{Al}-\text{Si}$ 合金粉末は、粉碎粉末に比べ、圧粉後の焼鈍によりストレスが解放されやすい。後記実施例に示されるように、ガスアトマイズ法により製造した $\text{Fe}-\text{Al}-\text{Si}$ 合金粉末を圧粉して焼鈍したコアは、焼鈍回数が 1 回であるにもかかわらず、粉碎粉末を焼鈍し圧粉後に 2 回目の焼鈍を施したコアよりも保磁力が低く、ヒステリシス損失が小さくなる。すなわち、本発明により、低損失の圧粉コアが低コストで

【0009】そして、強磁性金属粉末の重量平均粒径 D_{50} および粒度分布を上記範囲とすることにより、渦電流損失を小さくすることができる。

【0010】特開昭 62-250607 号公報には、 $\text{Fe}-\text{Si}-\text{Al}$ 系合金圧粉磁心の製造方法が記載されている。この方法では、 $\text{Fe}-\text{Si}-\text{Al}$ 系合金の溶湯からガスアトマイズによって球状の粗粉末を製造し、然る後該粗粉末をさらに粉碎して得られた平均粒度が $40 \sim 110 \mu\text{m}$ 、見掛け密度 $2.6 \sim 3.8 \text{ g/cm}^3$ の粉末を用いる。ガスアトマイズによって得た球状の粗粉末を粉碎するのは、上記した所定の粒度の粉末を廉価に得るためである。同公報では、透磁率の周波数特性の改善と成形体の強度向上とを効果としている。同公報記載の方法は $\text{Fe}-\text{Si}-\text{Al}$ 系合金粉末の製造にガスアトマイズ法を用いる点で本発明と類似するが、同公報ではガスアトマイズ法により製造した粗粉末をさらに粉碎しているため、粉末にストレスが生じ、ヒステリシス損失を小さくすることができない。なお、同公報記載の発明はコア損失低減を目的としておらず、同公報の実施例ではコア損失を測定していない。

【0011】特開昭 60-74601 号公報には、ガスアトマイズ法を用いて得た金属磁性粉末を加圧成形して成る圧粉磁心が記載されている。同公報では、ガスアトマイズ法を用いることにより、従来工程を大幅に短縮でき、単純なプロセスによって金属磁性粉末を得ることができ、非常に大きな原価低減となることを効果としている。同公報には金属磁性粉末にセンダストを用いる旨の記述はなく、同公報の実施例で作製している圧粉磁心は、モリブデンパーマロイ ($\text{Fe}-\text{Ni}-\text{Mo}$ 合金) のものだけである。同公報の実施例には圧粉後に施した熱処理の温度は明示されていないが、絶縁剤として水ガラスを使用しているため高温での熱処理は不可能である。また、同公報には、コア損失に関する記述はない。

【0012】特公平 3-46521 号公報には、鉄-珪素-アルミを主成分とする磁性合金の粉末に、水ガラスと、 $1 \sim 5 \text{ wt}\%$ の水分とを添加した後、成形することを特徴とする鉄-珪素-アルミ系磁性合金圧粉磁心の製造方法が記載されている。同公報では、プレス成形性の改善による透磁率の向上と成形体の強度向上とを効果とし

ている。同公報には、磁性合金の粉末の製造方法として、溶解して得た合金を粉碎する方法が記載されている。同公報の実施例では、 25 kHz 、 2000 G のコア損失が 500 kW/m^3 以上となっており、コア損失の低減は不十分である。なお、同公報の実施例では、プレス成形後に 750°C で焼成しているが、本発明者らの実験では、絶縁剤として水ガラスを用いた場合、 750°C もの高温では水ガラスが分解してしまい、合金粒子間の絶縁を保つことが不可能となって渦電流損失が著増してしまった。

【0013】本発明の好ましい態様では、強磁性金属粉末を圧粉する際に、絶縁剤としてシリコン樹脂と有機チタンとの混合物を用いる。シリコン樹脂は絶縁性に優れ、しかも耐熱性が高い。このため、高温の焼鈍処理を施しても強磁性金属粒子間の絶縁を十分に保つことができ、渦電流損失の増大や透磁率の周波数特性の劣化を抑えることができる。センダスト組成を中心とする $\text{Fe}-\text{Al}-\text{Si}$ 合金は bcc 構造を有し、製造直後は Al と Si とがランダムに並ぶ B_2 構造であるが、高温での焼鈍処理により、 Al と Si とが交互に並ぶ規則格子をもつ DO 構造とすることができ、軟磁気特性を向上させることができる。また、高温での焼鈍処理により、強磁性金属粉末のストレスを十分に解放して保磁力を低下させることができる。また、シリコン樹脂は焼鈍処理により硬化するため、コアの機械的強度を高くすることができる。有機チタンはシリコン樹脂の架橋剤としてはたらく。有機チタンを添加することにより、コアの機械的強度はいっそう高くなる。

【0014】特開昭 61-154014 号公報には、電氣的絶縁体である無機高分子を結着剤とした磁性粉の圧縮成形体からなる圧粉磁心が開示されている。同公報の実施例では、無機高分子としてポリシロキサン樹脂を用い、これを溶解した溶液に非晶質合金粉末を浸した後、リング状コアに成形し、 150°C で 20 分、 250°C で 30 分熱処理を行なって溶剤をとばし、 420°C で 60 分間の硬化処理を施している。同公報記載の方法は、無機高分子を用いる点でシリコン樹脂と有機チタンとを用いる本発明とは異なる。このため、同公報記載の方法で製造されたコアは、本発明によるコアよりも機械的強度が劣る。

【0015】特開昭 62-247004 号公報には、金属圧粉磁心の製造に際して、金属磁性粉末の表面を絶縁性酸化物を形成し得る金属を含有する有機金属カップリング剤にて被覆処理し、該処理粉末に結着剤としての合成樹脂を混合してから、加圧成形した後、熱処理を施すことによって絶縁性金属酸化物被膜を生成せしめる方法が開示されている。同公報には、有機金属カップリング剤として、 SiO_2 のように絶縁性の酸化物を形成し得る金属を含有するシラン系、チタン系、クロム系等のカップリング剤が開示されている。また、結着剤として、

カップリング剤分子中の有機官能基反応性のある樹脂を用いることにより、金属粉末への樹脂の均一被覆がなされ、成形性が向上する旨と、成形ひずみを除去するための熱処理の際に、加熱途上の 200 ~ 300℃ で官能基がとび、耐熱性に優れた絶縁酸化被膜が形成され、絶縁抵抗を維持しつつ従来より高い温度での熱処理によってより透磁率が高められる旨の記載がある。同公報の実施例では、合金粉末をガンマアミノプロピルトリエトキシシランの水溶液で処理、乾燥した後、エポキシ樹脂を均一に混合し、圧粉成形の後に 500 ~ 900℃ で熱処理している。この方法は酸化被膜を形成するものなので、シリコン樹脂と有機チタンとを用いる本発明とは異なり、粒子間の絶縁性とコアの機械的強度の双方を共に向上させることはできない。

【0016】特開昭 62-247005 号公報には、金属圧粉磁心の製造に際して、金属磁性粉末の表面をテトラヒドロキシシラン $\text{Si}(\text{OH})_4$ にて被覆処理した後、さらにこれを加熱して SiO_2 被膜を生成する方法と、このようにして SiO_2 被膜を生成した後、結着剤として合成樹脂を混合してから加圧成形、熱処理する方法とが開示されている。同公報には、 SiO_2 被膜が圧粉成形時にも粒子間絶縁抵抗の劣化が少なく、成形性があり引き続き施される熱処理の温度を上昇させて透磁率を高めても周波数特性が劣化しない旨が記載されている。同公報の実施例では、まず、 $\text{Si}(\text{OH})_4$ のアルコール溶液に合金粉末を浸漬した後、250℃ にて加熱し、粉末表面に SiO_2 の被膜を生成している。そして、この粉末を直接圧粉成形するか、エポキシ樹脂を混合した後に圧粉成形し、さらに、500 ~ 900℃ で熱処理している。この方法は粒子表面に SiO_2 被膜を形成し、その後に圧粉成形するものであり、シリコン樹脂と有機チタンとを用いる本発明とは異なる。したがって、同公報記載の方法では、本発明のように粒子間の絶縁性とコアの機械的強度の双方を共に向上させることはできない。

【0017】特開平 3-291305 号公報には、形状異方性軟磁性合金粉末の製造方法が開示されている。この方法では、合金粉末を機械的粉碎し、得られた合金粉末にシリコンオイルを 0.5 ~ 5.0 重量% 混合した後、熱処理する。この方法において、シリコンオイル混合後に熱処理を施すのは、シリコンオイルからケイ素酸化物被膜を生成させて合金粉末相互の結着を防ぎ、後工程における解砕、粉碎工程を短縮するためである。同公報の実施例では、まず、粗粉碎粉末を、ステンレスボールおよびエタノールを用いて湿式でボールミル粉碎し、平均直径が約 40 μm で厚さが 1 μm の円板状粒子からなる扁平化粉末を作製している。そして、トルエンに溶解したシリコンオイルと前記粉末とを混合して乾燥した後、空气中で 470℃ まで昇温し、さらに最高温度 500 ~ 900℃ で熱処理を施している。この実施例では空

気で 470℃ まで昇温する際に、シリコンオイルからケイ素酸化物被膜を生成していると考えられる。同公報には、このようにして製造した形状異方性軟磁性合金粉末を圧粉コアに適用する旨の記載はない。同公報記載の方法は、ケイ素酸化物被膜を形成するものであり、その効果が合金粉末相互の結着を防ぐというものであることから、たとえこの粉末を圧粉コアの製造に適用したとしても、圧粉コアの機械的強度の向上に寄与しないことは明らかである。

【0018】

【具体的構成】以下、本発明の具体的構成について詳細に説明する。

【0019】本発明の圧粉コアは、強磁性金属粉末と絶縁剤とを混合し、混合物を圧粉した後、焼鈍処理を施して製造される。

【0020】本発明で用いる強磁性金属粉末は、センダスト組成を中心とした組成比の Fe 、 Al および Si を含む合金からなる。具体的には、 Al 含有率は好ましくは 3 ~ 10 重量%、より好ましくは 5 ~ 7 重量%であり、 Si 含有率は好ましくは 5 ~ 13 重量%、より好ましくは 8 ~ 11 重量%である。そして、残部が実質的に Fe である。各元素の含有率が上記の好ましい範囲を外れると、透磁率が著しく低くなってしまう。

【0021】強磁性金属粉末を構成する強磁性金属粒子はほぼ球状であり、図 1 に示されるように、表面がほぼ平滑である。ただし、製造方法によっては、複数の球状粒子が接合した形状の粒子が含まれることもある。粉末を構成する粒子は、長径/短径の平均値が、好ましくは 1 ~ 3 であり、より好ましくは 1 ~ 2 である。粒子の扁平度が大きすぎたり、粒子が不定形であったりすると、圧粉後の焼鈍によるストレス解放が不十分となる。

【0022】強磁性金属粉末の重量平均粒径 D_{50} は、好ましくは 15 ~ 65 μm 、より好ましくは 30 ~ 55 μm である。重量平均粒径 D_{50} が小さすぎると、透磁率が低くなるため、大きなインダクタンスを得るためには巻線のターン数を増やさなければならず、銅損（巻線損）が増えて発熱が増大してしまう。一方、 D_{50} が大きすぎると、渦電流損失が大きくなってしまう。なお、重量平均粒径 D_{50} とは、粉末中の粒子を小径のものから積算し、粉末全体の 50 重量% となったときの粒径である。

【0023】また、強磁性金属粒子を小径のものから積算し、強磁性金属粉末全体の 10 重量% となったときの粒径 D_{10} は、好ましくは 6 ~ 20 μm 、より好ましくは 8 ~ 15 μm であり、強磁性金属粉末全体の 90 重量% となったときの粒径 D_{90} は、好ましくは 25 ~ 100 μm 、より好ましくは 50 ~ 90 μm である。このような粒度分布をもつ強磁性金属粉末を用いることにより、渦電流損失を小さくすることができ、しかも、高い透磁率が得られる。

【0024】なお、 D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} を求める際の粒径

測定には、レーザー散乱法を用いる。

【 0 0 2 5 】本発明では、強磁性金属粉末の製造に好ましくはガスアトマイズ法を用いる。ガスアトマイズ法では、ノズルから流下させた原料合金の溶湯にガス流を噴射して飛沫化すると共に冷却し、凝固・粉末化する。冷却のためのガスには、粉末の酸化を防ぐために非酸化性のもの、例えば、N₂ や A r 等を用いる。ガスアトマイズの際の条件は、上記した性状の強磁性金属粉末が得られるように適宜決定すればよいが、例えば、溶湯の温度は 1 4 0 0 ~ 1 6 0 0 °C とすることが好ましく、ガスの噴射圧力は 2 . 0 ~ 2 . 5 MPa とすることが好ましい。ガスアトマイズ法では、ほぼ球状で、圧粉後の焼鈍によりストレスが解放されやすい強磁性金属粒子が容易に得られる。

【 0 0 2 6 】なお、上述したガスアトマイズ法では、原料合金の溶湯を気体中で常温まで冷却するが、原料合金の溶湯をガス流噴射により液滴とした後、この液滴またはある程度固化した粒子を液体中で冷却してもよい。この方法でも、ほぼ球状の粒子が得られる。この方法では、液体中に落下した液滴や粒子の周囲に付着しているガスを剥離することによって冷却を迅速かつ均一に行なうために、攪拌されている液体中に液滴や粒子を落下させることが好ましく、特に、冷却用液体の渦流中に液滴や粒子を落下させる構成とすることが好ましい。

【 0 0 2 7 】本発明の圧粉コアは、上記強磁性金属粉末と絶縁剤とを圧粉したものである。絶縁剤は特に限定されないが、高温の焼鈍処理に耐えること、また、コアの機械的強度向上効果が高いことから、シリコン樹脂を用いることが好ましい。

【 0 0 2 8 】シリコン樹脂は、オルガノシロキサン結合を有するオルガノポリシロキサンであり、狭義には、3次元網目構造を有するオルガノポリシロキサンである。本発明で用いるシリコン樹脂は特に限定されないが、狭義のシリコン樹脂は必ず用いる。ただし、シリコンオイルやシリコンゴム等の広義のシリコン樹脂を併用してもよい。使用する全シリコン樹脂中における狭義のシリコン樹脂の割合は、好ましくは 5 0 重量%以上とし、より好ましくは狭義のシリコン樹脂だけを用いる。シリコン樹脂は、通常、ジメチルポリシロキサンを主成分とするが、メチル基の一部が他のアルキル基またはアリール基で置換されていてもよい。

【 0 0 2 9 】シリコン樹脂と強磁性金属粉末とを混合するときには、固体状または液状のシリコン樹脂を溶液化して混合してもよく、液状のシリコン樹脂を直接混合してもよいが、溶液化して用いる場合には成形前に溶媒を乾燥させる必要があるため、好ましくは溶液化せずに液状のシリコン樹脂を直接混合する。液状のシリコン樹脂の粘度は、25°Cにおいて好ましくは 1 0 ~ 1 0 0 0 0 cP、より好ましくは 1 0 0 0 ~ 9 0 0 0 cP である。粘度が低すぎても高すぎても、強磁性金属粒

子表面に均一な被膜を形成することが難しくなる。

【 0 0 3 0 】シリコン樹脂の混合量は、強磁性金属粉末に対し好ましくは 0 . 5 ~ 5 重量%、より好ましくは 1 ~ 3 重量%である。シリコン樹脂の混合量が少なすぎると、強磁性金属粒子間の絶縁性が不十分となり、また、コアの機械的強度も不十分となる。シリコン樹脂の混合量が多すぎると、コア中の非磁性領域の比率が高くなって透磁率が低くなってしまう。また、シリコン樹脂が少なすぎても多すぎても、コアの密度が低くなる傾向がある。

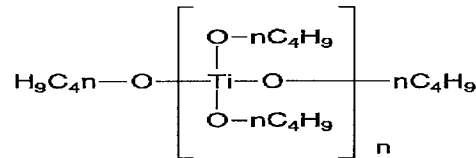
【 0 0 3 1 】絶縁剤としてシリコン樹脂を用いる場合、架橋剤として有機チタンを混合する。有機チタンを添加することにより、コアの機械的強度がさらに向上する。

【 0 0 3 2 】本発明で用いる有機チタンとは、チタンのアルコキシドおよびキレートから選択される少なくとも 1 種であり、シリコン樹脂の架橋剤として使用できるものである。

【 0 0 3 3 】アルコキシドは、モノマーであってもオリゴマーないしポリマーであってもよく、これらを併用してもよい。アルコキシドとしては、例えば、アルキル基の炭素数が 1 ~ 8 のテトラアルコキシチタン、具体的には、テトラ-*i*-プロポキシチタン、テトラ-*n*-ブトキシチタン、テトラキス(2-エチルヘキソキシ)チタンが好ましく、これらのうち、テトラ-*i*-プロポキシチタン、テトラ-*n*-ブトキシチタンがより好ましく、テトラ-*n*-ブトキシチタンが最も好ましい。特に、下記化 1 で表わされるテトラ-*n*-ブトキシチタンのオリゴマーないしポリマーが好ましい。

【 0 0 3 4 】

【化 1】



【 0 0 3 5 】上記化 1 において、*n* は、好ましくは 1 0 以下の整数であり、より好ましくは *n* = 2、4、7、1 0 であり、さらに好ましくは *n* = 4 である。*n* が大きいと架橋反応の速度が低くなる傾向がある。

【 0 0 3 6 】キレートとしては、ジ-*n*-プロポキシ・ビス(アセチルアセトナト)チタン、ジ-*n*-ブトキシ・ビス(トリエタノールアミナト)チタンが好ましい。

【 0 0 3 7 】これらの有機チタンのうち、上記した各種アルコキシドを用いることが好ましい。上記アルコキシドは、常温で液体であるため混合する際に液状のシリコン樹脂と共に直接混合でき、また、加水分解速度が適当であり、入手も容易である。

【 0 0 3 8 】有機チタンの混合量は、シリコーン樹脂の混合量に対し、好ましくは 1 0 ～ 7 0 重量%、より好ましくは 2 5 ～ 5 0 重量%である。有機チタンの混合量が少なすぎると、コアの機械的強度をさらに向上させる効果が不十分となる。一方、混合量が多すぎても機械的強度は顕著には向上せず、コアの透磁率が低くなってしまう。

【 0 0 3 9 】なお、シリコーン樹脂以外にも、従来の圧粉コアに用いられている水ガラス等が使用可能であるが、水ガラスは 3 0 0 ℃程度を超える温度では分解して絶縁性を保てなくなるため、高温の焼鈍処理が不可能であり、磁気特性向上が難しい。

【 0 0 4 0 】強磁性金属粉末とシリコーン樹脂と有機チタンとを混合した後、混合物に乾燥処理を施すことが好ましい。乾燥処理では、好ましくは 5 0 ～ 3 0 0 ℃、より好ましくは 5 0 ～ 1 5 0 ℃の温度範囲に保持する。処理温度が低すぎると、シリコーン樹脂の接着性が弱くなり、強磁性金属粉末が凝集しやすくなって成形性が低下し、処理温度が高すぎると、シリコーン樹脂の接着性が弱くなりすぎてコアの機械的強度向上効果が不十分となる。処理時間、すなわち、上記温度範囲内を通過する時間あるいは上記温度範囲内の一定の温度に保持する時間は、好ましくは 0 . 5 ～ 2 時間とする。処理時間が短すぎるとシリコーン樹脂の接着性が弱くならず、処理時間が長すぎるとシリコーン樹脂の接着性が弱くなりすぎる。乾燥処理は比較的低温で行なうので、非酸化雰囲気で行なう必要はなく、空気中で行なうよい。

【 0 0 4 1 】乾燥処理後、圧粉前に、前記混合物に潤滑剤を添加することが好ましい。潤滑剤は、成形時の粒子間の潤滑性を高めたり、金型からの離型性を向上させたりするために用いられる。潤滑剤には、圧粉コアに通常用いられている各種のものを選択でき、例えば、ステアリン酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウム等の高級脂肪酸、その塩、あるいはワックスなど、常温で固体の有機潤滑剤や、二硫化モリブデン等の無機潤滑剤などから適宜選択すればよい。潤滑剤の混合量は種類によっても異なるが、常温で固体の有機潤滑剤では強磁性金属粉末に対し好ましくは 0 . 1 ～ 1 重量%とし、無機潤滑剤では強磁性金属粉末に対し好ましくは 0 . 1 ～ 0 . 5 重量%とする。潤滑剤の混合量が少なすぎると添加による効果が不十分となり、混合量が多すぎると、コアの透磁率が低くなってしまう他、コアの強度が低くなってしまう。

【 0 0 4 2 】なお、潤滑剤は、通常、乾燥処理後に混合するが、乾燥処理の際の加熱に耐えられる潤滑剤を用いる場合には、潤滑剤を乾燥処理前に添加してもよい。

【 0 0 4 3 】圧粉工程では、所望のコア形状に成形する。本発明が適用されるコア形状は特に限定されず、いわゆるトロイダル型、E E 型、E I 型、E R 型、E P C 型、ドラム型、ポット型、カップ型等の各種形状のコア

の製造に本発明は適用できる。

【 0 0 4 4 】圧粉条件は特に限定されず、目的とするコア形状やコア寸法、コア密度などに応じて適宜決定すればよいが、通常、最大圧力は 6 ～ 2 0 t / c m ² 程度、最大圧力に保持する時間は 0 . 1 秒間～ 1 分間程度とする。

【 0 0 4 5 】圧粉後、焼鈍処理を施し、コアとしての磁気特性を向上させる。焼鈍処理は、製造時および圧粉の際に生じた強磁性金属粒子のストレスを解放するためのものである。また、焼鈍処理によりシリコーン樹脂が硬化し、圧粉体の密度が増大して機械的強度が向上する。

【 0 0 4 6 】焼鈍処理の条件は、強磁性金属粉末の粒径および粒度分布や、成形条件などに応じて適宜決定すればよいが、シリコーン樹脂と有機チタンとを添加した場合、処理温度は好ましくは 5 0 0 ～ 8 0 0 ℃、より好ましくは 6 0 0 ～ 7 6 0 ℃である。処理温度が低すぎると焼鈍が不十分となってヒステリシス損失が大きくなりやすく、高すぎると強磁性金属粉末が焼結しやすくなり、強磁性金属粒子間の絶縁性が劣化して渦電流損失が大きくなりやすい。処理時間、すなわち、上記温度範囲内を通過する時間あるいは上記温度範囲内の一定の温度に保持する時間は、好ましくは 1 0 分間～ 1 時間とする。処理時間が短すぎると焼鈍効果が不十分となりやすく、長すぎると強磁性金属粉末が焼結しやすくなる。

【 0 0 4 7 】焼鈍処理は、強磁性金属粉末の酸化を防ぐために非酸化性雰囲気中に行なうことが好ましい。シリコーン樹脂と有機チタンとを添加し、焼鈍処理を非酸化性雰囲気中に行なった場合、コア中には、通常、シリコーン樹脂および有機チタンが存在する。これは、F T - I R (フーリエ変換赤外分光) 透過法等の分析方法により確認することができる。

【 0 0 4 8 】本発明では、焼鈍後のコア中の強磁性金属粒子の格子歪を 1 0 % 以下にすることができる。格子歪が大きいとヒステリシス損失が大きくなってしまふ。

【 0 0 4 9 】強磁性金属粒子の格子歪は、X 線回折法を用い、以下のようにして求める。結晶子に局所的な歪が生じていると、格子面間隔が一定とならず回折線の幅が広がってしまう。この効果は、回折角 (ブラッグ角) が大きいほど著しくなるので、回折線の回折角依存性を調べることにより、結晶子の格子歪を求めることができる。具体的には、H a l l の方法を修正した解析法を用いる。この解析法では、結晶子の大きさと格子歪とを分離して計算する。具体的には、

β_p : 結晶子の大きさだけによる回折線の広がり、

β_s : 格子歪による回折線の広がり、

β : 試料に固有な回折線の広がり

とすれば、

$$\text{式①} \quad \beta_p / \beta = 1 - (\beta_s / \beta)^2、$$

$$\text{式②} \quad \beta_p = \lambda / (\xi \cdot \cos \theta)、$$

$$\text{式③} \quad \beta_s = 2 \eta \cdot \tan \theta$$

である。ただし、

ξ : 結晶子の大きさ、

λ : X線の波長、

θ : ブラッグ角、

η : 格子歪

である。式②と式③とを式①に代入すると、

$$\text{式④ } \beta^2 / \tan^2 \theta = (\lambda / \xi) (\beta / \tan \theta) \sin \theta + 4 \eta^2$$

となる。y軸に $\beta^2 / \tan^2 \theta$ を、x軸に $(\lambda \beta / \tan \theta) \sin \theta$ をプロットすると、直線の勾配は $1 / \xi$ 、 $(\lambda \beta / \tan \theta) \sin \theta = 0$ に外挿したときにy軸の切片が $4 \eta^2$ になる。本発明で用いる強磁性金属粒子は、結晶子の大きさはほぼ一定でありかつ十分に大きいので、 $1 / \xi \approx 0$ とし、

$$\beta^2 / \tan^2 \theta = 4 \eta^2$$

により格子歪を算出する。回折線には、格子歪の検出感度が高くなることから、 $2\theta = 82.2^\circ$ 付近の(422)面のものを利用する。

【0050】本発明では、焼鈍後のコア中の強磁性金属粒子の保磁力を0.35 Oe以下にすることができ、0.25 Oe以下にすることもできる。保磁力が大きいとヒステリシス損失が大きくなってしまふ。

【0051】焼鈍処理後、必要に応じ、絶縁膜形成、巻線、コア半体同士の組み付け、ケース装入などを行なう。

【0052】本発明の圧粉コアでは、100kHzにおける透磁率を50以上とすることができ、100以上とすることもできる。そして、100kHzで100mTの磁界を印加したときのコア損失を450kW/m³以下とすることができ、200kW/m³以下とすることもできる。また、25kHzで200mTの磁界を印加したときのコア損失を300kW/m³以下とすることができ、200kW/m³以下とすることもできる。

【0053】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を示し、本発明をさらに詳細に説明する。

【0054】まず、以下の強磁性金属粉末を製造した。

【0055】センダストガスアトマイズ粉末

ガスアトマイズ法によりセンダスト(5.9重量%A1-9.8重量%Si-Fe)粉末を製造した。この粉末のD₅₀は40μm、D₁₀は11μm、D₉₀は85μmであった。この粉末の走査型電子顕微鏡写真を、図1に示す。

【0056】センダスト粉砕粉末

溶解鑄造により製造したインゴットを、ジョークラッシャー、ブラウンミルおよびベッセルミルにより粉砕し、

粉末化した。粉砕後、水素雰囲気中で900℃にて1時間の焼鈍処理を施した。粉末の組成は上記のガスアトマイズ粉末と同じとした。この粉末のD₅₀は38μm、D₁₀は10μm、D₉₀は88μmであった。この粉末の走査型電子顕微鏡写真を、図2に示す。

【0057】Moパーマロイ水アトマイズ粉末

81重量%Ni-2重量%Mo-Fe合金の粉末を、水アトマイズ法により製造した。この粉末のD₅₀は30μm、D₁₀は8μm、D₉₀は38μmであった。

【0058】これらの強磁性金属粉末に、シリコーン樹脂と有機チタンとを自動乳鉢により混合し、100℃で1時間乾燥した。シリコーン樹脂には、無溶剤型シリコーン樹脂(トーレ・シリコーン社製SR2414、25℃における粘度2000~8000cP)を用い、有機チタンには、前記した化1の化合物でn=4のもの(日曹社製TBTポリマーB-4)を用いた。強磁性金属粉末に対するシリコーン樹脂の混合量は1.8重量%とし、シリコーン樹脂に対する有機チタンの添加量は33重量%とした。

【0059】乾燥後、潤滑剤を混合した。潤滑剤には、強磁性金属粉末に対し0.4重量%のステアリン酸亜鉛を用いた。

【0060】次いで、乾燥物を加圧成形し、トロイダル状(外径17.5mm、内径10.2mm、高さ6mm)の圧粉体を得た。成形圧力は、10t/cm²とし、加圧時間は10秒間とした。

【0061】この圧粉体に、Ar雰囲気中において700℃で0.5時間の焼鈍処理を施して、トロイダルコアとした。

【0062】各コアについて、100kHzにおける初透磁率(μ_i)を求め、また、100kHz、100mTおよび25kHz、200mTのそれぞれにおけるヒステリシス損失(P_h)、渦電流損失(P_e)、コア損失(P_t)を求めた。結果を表1に示す。なお、表1では、P_t=P_h+P_eとしてある。

【0063】また、コアNo.101および102についてX線回折を行ない、(422)面の回折線を利用して前述した方法により格子歪を求めた。さらに、コアNo.101および102について、VSMにより保磁力を測定した。格子歪および保磁力は、圧粉前の強磁性金属粉末と焼鈍前の圧粉体とについても測定した。結果を表1に示す。

【0064】

【表1】

表 1

コア No.	強 磁 性 金属粉末	μ i 100Hz	損失(kW/m ³)					
			100kHz, 100mT			25kHz, 200mT		
			Ph	Pe	Pt	Ph	Pe	Pt
101	センダストガスアトマイズ	70	220	160	380	128	110	238
102 (比較)	センダスト粉碎	70	810	150	960	455	105	560
103 (比較)	Moパーマロイ水アトマイズ	60	590	410	1000	320	260	580

表 1 (続き)

コア No.	格子歪 (%)			保磁力 (Oe)		
	粉末	圧粉体	焼鈍後	粉末	圧粉体	焼鈍後
101	14.78	29.48	8.54	0.77	2.51	0.18
102 (比較)	9.69	28.67	10.09	0.46	2.78	0.50
103 (比較)	—	—	—	—	—	—

【0065】表1に示されるように、センダストガスアトマイズ粉末を用いた本発明のコアでは、100kHz における透磁率が50以上、100kHz で100mTの磁界を印加したときのコア損失が450kW/m³以下、25kHz で200mTの磁界を印加したときのコア損失が300kW/m³以下となっている。これに対し、センダスト粉碎粉末を用いたコアでは、粉末に焼鈍処理を施しているにもかかわらず、ガスアトマイズ粉末を用いたコアに比べヒステリシス損失が著しく大きくなっている。また、低損失材として知られているMoパーマロイを用いたコアでは、ヒステリシス損失および渦電流損失のいずれもがガスアトマイズ粉末を用いたコアに比べ大きくなっている。そして、センダスト粉碎粉末およびMoパーマロイ

のいずれを用いた場合でも、100kHz、100mTのときのコア損失が450kW/m³を超え、25kHz、200mTのときのコア損失が300kW/m³を超えてしまっている。

【0066】<実施例2>ガスアトマイズ法の条件を変更することにより、表2に示す粒度分布をもつセンダストガスアトマイズ粉末を製造した。これらの粉末を用い、実施例1と同様にしてトロイダルコアを作製した。これらのコアについて、実施例1と同様な測定を行なった。結果を表2に示す。なお、表2には、表1のコアNo. 101も併記してある。

【0067】

【表2】

コア No.	センダストガスアトマイズ 粉末 (μ m)			μ i 100Hz	損失(kW/m ³)					
	D ₅₀	D ₁₀	D ₉₀		100kHz, 100mT			25kHz, 200mT		
					Ph	Pe	Pt	Ph	Pe	Pt
201	25	9	40	60	140	35	175	120	30	150
101	40	11	85	70	220	160	380	128	110	238
202	70	25	110	82	240	540	780	145	230	375

【0068】表2から、前記した好ましい粒度分布をもつ場合には、渦電流損失が著減し、コア損失が小さくなることがわかる。

【0069】<実施例3>実施例1で作製した3種のコアを、力率改善回路を含む図3に示す回路のインダクターとして実装し、コアの温度上昇を測定した。測定条件は、出力200W、100kHzとした。各コアの上昇温度を表3に示す。

【0070】

【表3】

コア No.	強 磁 性 金属粉末	上昇温度 (°C)
101	センダストガスアトマイズ	38
102 (比較)	センダスト粉碎	59
103 (比較)	Moパーマロイ水アトマイズ	65

【0071】電子部品では、使用時の温度上昇を一般に50℃以下、望ましくは40℃以下に抑える必要があるが、表3に示されるように、本発明のコアはこの条件を満足している。したがって、従来、コア損失が大きいため圧粉コアが適用できなかった分野にも、本発明により圧粉コアの適用が可能となることがわかる。

【 0 0 7 2 】 < 実施例 4 > 圧粉体に施す焼鈍処理の温度を表 4 に示すように変更した以外は実施例 1 のコア No. 1 0 1 と同様にしてトロイダルコアを作製した。これらについて、1 0 0 kHz、1 0 0 mT における各損失を求めた。結果を表 4 に示す。

【 0 0 7 3 】

【 表 4 】

コア No.	焼鈍処理 温度 (℃)	損失(kW/m ³)		
		100kHz Ph	100mT Pe	100mT Pt
401	550	750	160	910
402	650	290	160	450
403	750	210	170	380

【 0 0 7 4 】 表 4 では焼鈍処理温度が 5 5 0 ℃ のときの損失が大きくなっているが、表 2 のコア No. 2 0 2 の D₅₀ の小さい粉末を用いたときには、焼鈍処理温度を 5 5 0 ℃ とした場合でも、1 0 0 kHz、1 0 0 mT でのコア損失が 4 5 0 kW/m³ 以下、2 5 kHz、2 0 0 mT でのコア損失が 3 0 0 kW/m³ 以下であった。

【 0 0 7 5 】 なお、X 線回折による分析の結果、上記各実施例における焼鈍処理後のセンダスト粉末はいずれも D₂O₃ 構造を有していることが確認された。

【 0 0 7 6 】 比較のために、絶縁剤として水ガラスとガラス粉末との混合物を用いたトロイダルコアも製造した。水ガラスとガラス粉末との混合物は、水ガラス単独よりも耐熱性が高い材料である。ガラス粉末には、平均粒径 3 μm の P b O - S i O₂ - B₂ O₃ (軟化点 4 3 0 ℃) を用い、水ガラスおよびガラス粉末の添加量は、強磁性金属粉末に対しそれぞれ 1 . 5 重量% とした。まず、ガラス中にガラス粉末を分散して絶縁剤液を調製した。次に、実施例 1 で製造したセンダストガスアトマイ

ズ粉末と前記絶縁剤液とを混練した後、乾燥し、解砕を行なった後、上記と同様にして潤滑剤添加、成形および焼鈍を行なってトロイダルコアを製造した。この結果、焼鈍温度を 5 0 0 ℃ 以上としたときには、1 0 0 kHz、1 0 0 mT のときのコア損失が 1 5 0 0 kW/m³ 以上となり、強磁性金属粒子間の絶縁が破壊されていることが明らかであった。また、焼鈍温度を 4 5 0 ℃ としたときの圧環強度は 4 kgf であり、一方、表 1 のトロイダルコア No. 1 0 1 の圧環強度は 2 5 kgf であったので、シリコーン樹脂と有機チタンとを用いることによる効果が明らかである。なお、圧環強度とは、トロイダルコアの直径方向に力を加えていったときに、トロイダルコアが破壊されたときの力である。

【 0 0 7 7 】 表 1 に示すトロイダルコア No. 1 0 1 を粉砕し、粉砕物について、クロロホルムを用いてソックスレー抽出を行なった。抽出液の蒸発乾固物を、F T - I R 透過法により分析した。この結果、有機チタンの特性吸収帯である 2 9 6 0 cm⁻¹、2 9 3 0 cm⁻¹ および 2 8 7 0 cm⁻¹ (以上は C - H 伸縮振動) ならびに 1 4 6 0 cm⁻¹ および 1 3 7 0 cm⁻¹ (以上は C - H 変角振動) が認められた。また、1 1 2 0 ~ 1 0 3 0 cm⁻¹ にブロードなピークが認められたが、これはシリコーン樹脂がさらに高分子化したものと推定される。この結果から、焼鈍処理後のコア中には、シリコーン樹脂および有機チタンが含まれていることがわかる。

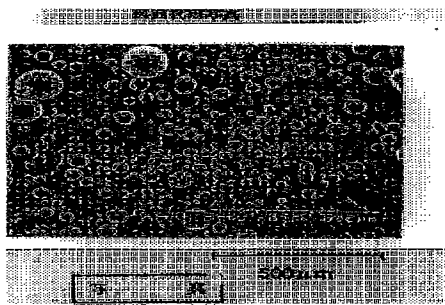
【 図面の簡単な説明 】

【 図 1 】 ガスアトマイズ法により製造したセンダスト粉末の走査型電子顕微鏡写真である。

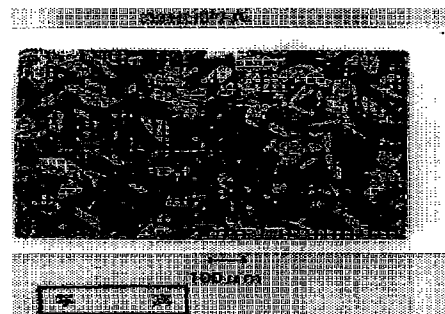
【 図 2 】 溶解鑄造したインゴットを粉砕して製造したセンダスト粉末の走査型電子顕微鏡写真である。

【 図 3 】 力率改善回路を含む回路の一例を示す回路図である。

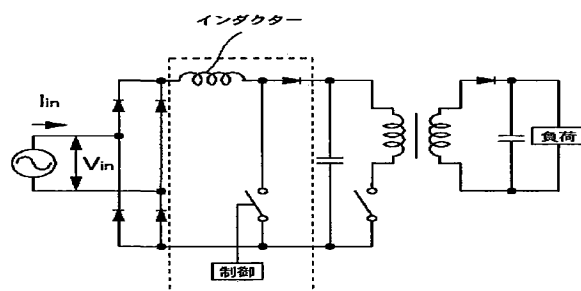
【 図 1 】



【 図 2 】



【図 3】



フロントページの続き

(72) 発明者 鈴木 英利
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ
ーディーケイ株式会社内